

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-157782

(43)Date of publication of application : 31.05.2002

(51)Int.Cl.

G11B 7/24

G11B 7/26

(21)Application number : 2001-046778

(71)Applicant : TDK CORP

(22)Date of filing : 22.02.2001

(72)Inventor : KOMAKI TAKESHI
HAYASHIDA NAOKI
HIRATA HIDEKI

(30)Priority

Priority number : 2000269242 Priority date : 05.09.2000 Priority country : JP

(54) OPTICAL INFORMATION MEDIUM AND METHOD FOR TESTING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve recording/reproduction characteristics in the case the beam spot diameter of a laser beam is small and linear velocity is fast by securing the protection function for an information recording layer by a light transmission layer and to improve the preservation stability of an optical information medium in the optical information medium which has the information recording layer on the surface of a support substrate, has the light transmission layer on the information recording layer and is irradiated with the laser beam for recording or reproduction through the light transmission layer.

SOLUTION: In this optical information medium which has the information recording layer on the support substrate, has the light transmission layer on the information recording layer and is used so as to make the laser beam for recording or reproduction to be made incident through the light transmission layer, the light transmission layer includes at least one resin layer, tensile yield strength ranges between 20 and 100 MPa, and tensile yield elongation also ranges between 0.1 to 15%.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

G11B 7/24

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01132456.2

[43] 公开日 2002 年 4 月 3 日

[11] 公开号 CN 1342977A

[22] 申请日 2001.9.5 [21] 申请号 01132456.2

[30] 优先权

[32] 2000.9.5 [33] JP [31] 269242/2000

[32] 2001.2.22 [33] JP [31] 046778/2001

[71] 申请人 TDK 株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 小卷壮 林田直树 平田秀树

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事
务所

代理人 王以平

权利要求书 1 页 说明书 19 页 附图页数 1 页

[54] 发明名称 光信息媒体及其试验方法

[57] 摘要

一种光信息媒体,在支撑基体上具有信息记录层,在该信息记录层上具有光透射层,并通过光透射层入射用于记录或再生的激光,其中,所述光透射层含有至少 1 层树脂层,拉伸屈服强度为 20~100MPa,且拉伸屈服延伸率为 1~15%。还提供了对该光信息媒体的保存稳定性进行试验的方法。

ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1. 一种光信息媒体, 在支撑基体上具有信息记录层, 在该信息记录层上具有光透射层, 通过该光透射层入射用于记录或再生的激光, 其中, 所述光透射层包含至少 1 层树脂层, 拉伸屈服强度是 20~100Mpa, 且拉伸屈服延伸率是 0.1~15%.

2. 如权利要求 1 中的光信息媒体, 其中, 所述光透射层包括含有树脂的至少 1 层的内部层、和其铅笔硬度比该内部层硬 1 个单位以上的 1 层的表面层, 该表面层构成媒体表面.

3. 如权利要求 2 中的光信息媒体, 其中, 所述内部层是树脂薄层或是含有激活能射线硬化型树脂的树脂涂膜.

4. 如权利要求 1~3 的任何一项中的光信息媒体, 其中, 所述光透射层的厚度是 30~200 μm .

5. 如权利要求 1~4 的任何一项中的光信息媒体, 其中, 所述光透射层至少含有 2 层环状的树脂层, 所述树脂层中至少 1 层是树脂涂膜, 该树脂涂膜的内周半径比与它邻接且位于支撑基体一侧的树脂层内周半径大.

6. 一种光信息媒体的试验方法, 对在基体上具有信息记录层、在该信息记录层上具有至少 1 层的树脂层的光信息媒体的保存稳定性进行试验, 其中, 将光信息媒体在温差为 700℃ 的高温环境和低温环境中交互地分别进行 30 次以上的曝光之后, 检查光信息媒体的机械精度以及所述树脂层的裂纹和剥离.

7. 如权利要求 6 中的光信息媒体的试验方法, 其中, 所述树脂层具有 2 层以上.

8. 如权利要求 6 或 7 中的光信息媒体的试验方法, 其适用于权利要求 1~5 中任何一项的光信息媒体.

说 明 书

光信息媒体及其试验方法

技术领域

本发明涉及再生专用光盘、光记录盘等光信息媒体、以及对具有树脂层的光信息媒体的保存稳定性进行试验的方法。

背景技术

近几年来，在再生专用光盘和光记录盘等光盘中，为了记录乃至保存活动图象信息等庞大的信息，要求提高记录密度的媒体的高容量化，为了适应这一形势，用于高记录密度化的研究开发已十分广泛。

作为其中之一，例如象人们在 DVD (Digital Versatile Disk) 中所看到的那样，有人提议将记录、再生波长缩短，并且增大再生光学系统的物镜的数值孔径 (NA)，缩小记录、再生时的激光束点直径。若将 DVD 与 CD 比较，那么，通过将记录、再生波长从 780nm 变为 650nm，将 NA 从 0.45 变为 0.6，可达到 6~8 倍的记录容量 (4.7GB/面)。

而且，最近，为了长时间地记录高清晰度的活动图象，人们正在进行试验，想要通过将记录、再生波长缩短到 400nm，并将物镜的数值孔径增大到 0.85 的程度，达到 DVD 的 4 倍以上，即 20GB/面以上的记录容量。

但是，若这样地进行高 NA 化，那么，倾斜容限就会变小。倾斜容限是对于光学系统的光盘的倾斜的容许度，并由 NA 决定。若将记录、再生波长假定为 λ ，将记录、再生光入射的透明基体的厚度假定为 t ，那么，倾斜容限与

$$\lambda / (t \cdot NA^3)$$

成比例。另外，若光盘相对激光束倾斜，即，若发生倾斜，则产生波象差 (慧形象差)。若假定基体的折射率为 n 、倾角为 θ ，那么波象差系数用

$$(1/2) \cdot t \cdot \{n^2 \cdot \sin \theta \cdot \cos \theta\} \cdot NA^3 / (n^2 - \sin^2 \theta)^{5/2}$$

表示。由这些式子可知，为了增大孔径容限、并且抑制慧形象差的发生，可以减小基体的厚度。实际上，DVD 中，通过将基体的厚度规定为 CD 基体厚度（1.2nm 程度）的大约一半（0.6nm 程度），确保倾斜容限。

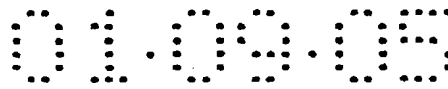
但是，为了长时间地记录更高清晰度的活动图象，有人提议能够将基体做得更薄的结构。这种结构就是使用普通厚度的基体作为用来保持刚性的支撑基体，在其表面形成凹坑和记录层，在其上面设置厚度为 100 μm 左右的光透射层，并通过该光透射层使记录、再生光入射。在该结构中，与以往比较，由于能使基体显著地变薄，因此，能够达到高 NA 化的高记录密度。具有这样的结构的光盘，记载在例如日本专利特开平 10-289489 号公报中。在该公报中，由光硬化性树脂构成光透射层。

但是，若由紫外线硬化型树脂等光硬化性树脂构成光透射层，由于在硬化时发生的收缩，因此，在光盘上发生翻卷。另外，即使在当在高温高湿的环境下保存光盘时，也会发生翻卷。也有这种情况，即，若在光盘上发生翻卷时，那么在往光盘驱动器装填时会产生故障，另外，若产生伴随扭曲的翻卷，则光盘的振摆量增大、容易发生读取错误，因此不能读取。尤其是，在激光束的光点变小，且以高的线速度进行记录、再生时，由于振摆加速度变大，聚焦伺服机构的稳定性明显地降低。

发明内容

通过将记录、再生波长进行短波长化，并增大 NA，可减小电子束光点直径，而且加快记录、再生时的线速度，可能明显地提高数据传送速率，也有可能实现 100Mbps 或超过它的数据传送速率。由于在 2000 年底开始广播的卫星数据广播，高清晰度的图象信息会发送到各个家庭，为进行这种录象等，就要求数据传送速率显著地提高。但是，为了提高数据传送速率，就必须提高上述的聚焦伺服机构的稳定性。

另外，根据本发明者们的研究知道，当在光透射层上形成硬度更高的表面层以提高耐擦伤性时，由于在高温高湿条件下的保存，会加大随着扭曲的翻卷，振摆量明显地增大，或者在上述表面层产生裂纹和破坏。



而且知道，这样的裂纹和破坏与在高温高湿条件下的静止的保存比较，在交互反复进行高温保存和低温保存的热冲击试验中，发生得更加显著。

本发明的目的在于在支撑基体表面具有信息记录层、在该信息记录层上具有光透射层、并通过该光透射层照射记录或再生用的激光，在这样的光信息媒体中，在充分确保光透射层的信息记录层的保护功能之后，缩小激光的射束光点的直径、而且提高线速度大时的记录再生特性，另外，还提高媒体的保存稳定性。

这样的目的通过下述 (1) ~ (8) 的本发明来实现。

(1) 一种光信息媒体，在支撑基体上具有信息记录层，在该信息记录层上具有光透射层、并通过该光透射层入射用于记录或再生的激光，其中：

所述光透射层至少包含 1 层树脂层，拉伸屈服强度为 20 ~ 100Mpa、且拉伸屈服延伸率为 0.1 ~ 15% 的光信息媒体。

(2) 在上述 (1) 的光信息媒体中，所述光透射层包括含有树脂的至少 1 层的内部层、以及铅笔硬度比该内部层还硬 1 个单位以上的 1 层的表面层，该表面层构成媒体表面。

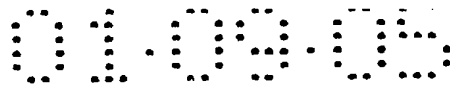
(3) 在上述 (2) 的光信息媒体中，所述内部层是树脂薄层、或者是具有激活能射线硬化型树脂的树脂涂膜。

(4) 在上述 (1) ~ (3) 中的任何一项的光信息媒体中，所述光透射层的厚度是 30 ~ 200 μ m。

(5) 在上述 (1) ~ (4) 的任何一项的光信息媒体中，所述光透射层至少包含 2 层环状的树脂层，所述树脂层的至少 1 层是树脂涂膜，该树脂涂膜比与它邻接且在支撑基体一侧存在的树脂层的内周半径更大。

(6) 一种光信息媒体的试验方法，对在基体上具有信息记录层、在该信息记录层至少具有 1 层的树脂层的光信息媒体进行保存稳定性试验，其中，

将光信息媒体在温差为 70℃ 以上的高温和低温环境中分别交互曝光 30 次以上之后，检查光信息媒体的机械精度以及所述树脂层的裂纹和剥落。



(7) 上述(6)的光信息媒体的试验方法, 其中, 所述树脂层具有2层以上。

(8) 上述(6)或(7)的光信息媒体的试验方法, 适用于上述(1)~(5)的任何一项的光信息媒体。

在本发明中, 在通过厚度 $100\mu\text{m}$ 左右的光透射层进行信息再生的光信息媒体中, 将光透射层的拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率分别控制在规定范围内。

因此, 在使媒体的翻卷和振摆量变小, 且在高温高湿环境下保存媒体时, 以及在交互地反复进行高温保存和低温保存时, 振摆量难以增大。如果振摆量减小, 那么使线速度变快时的振摆加速度就变小。其结果, 由于加快线速度时的聚焦伺服机构错误减小, 因此能实现高传送速率。

这样一来, 在将光透射层作为树脂层并和比它硬度高的表面层相叠层的情况下, 当在高温高湿条件下保存时, 以及在交互地反复进行高温保存和低温保存时, 在表面层不会产生裂纹。

在媒体翻卷量和振摆量之间, 没有直接的关系。在翻卷量大的媒体中, 振摆量有变大的倾向, 但是例如在盘状媒体翻卷成伞状时, 振摆量几乎没有增大。但是, 盘的机械精度下降。另一方面, 如果在盘状媒体中发生伴随扭曲的翻卷, 作为翻卷量即使所测定的值小, 振摆量也会变大。另外, 在树脂层中, 拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率之间没有直接的相关关系。

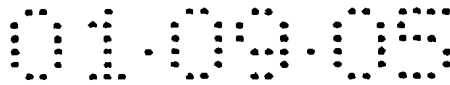
附图简述

图1是表示本发明的光信息媒体的结构例子的部分断面图。

具体实施方式

图1表示本发明的光信息媒体的结构例子。该光信息媒体是记录媒体, 在支撑基体20上, 具有作为信息记录层的记录层4、在该记录层4上具有光透射层2。用于记录或再生的激光通过光透射层2入射。

本发明对各种记录层都适用。即, 例如, 不管是相变型记录媒体, 还



是坑形成型记录媒体，光磁记录媒体都能适用。再者，通常在记录层的至少一侧以记录层的保护和光学效果为目的，设置了介电层和反射层，但在图 1 中省略了图示。另外，本发明不限于图示那样的可记录类型，在再生专用型中也可以适用。在该场合，在与支撑基体 20 形成一体的坑列上所形成的反射层构成信息记录层。

下面，说明本发明的媒体各部分的具体构成。

为了维持媒体的刚性设置了支撑基体 20。支撑基体 20 的厚度，通常是 0.2~1.2mm，最好为 0.4~1.2mm，可以是透明的，也可以是不透明的。支撑基体 20 和通常的光记录媒体一样可以由树脂构成，但也可以由玻璃构成。在光记录媒体上通常设置的凹槽（引导槽）21 可以如图所示，通过把设置在支撑基体 20 上的沟转印到在其上形成的各层上来形成。凹槽 21 是从记录再生光入射侧看位于眼前一侧的区域，相邻的凹槽之间存在的条状的凸起部分叫做凸部(land)。

光透射层 2 具有用来透射激光的透光性。本发明中的光透射层 2 的厚度优选是 30~200 μ m，更优选在 50 μ m 以上、200 μ m 以下，而且更优选是 70~150 μ m。若光透射层太薄，那么附着在光透射层表面的尘埃对光学的影响变大。另外，由于通过高 NA 化产生缩小光拾波器和媒体之间的距离的必要，因此，光拾波器变得容易与媒体表面接触，但若光透射层薄，那么对于光拾波器的接触就不能得到充分的保护效果。另一方面，若光透射层太厚，就难以达到高 NA 化的高记录密度。再者，若光透射层厚，例如，若光透射层的厚度超过 200 μ m，那么，很容易在媒体中产生大的翻卷，使振摆变大，因高温高湿条件下的保存以及反复进行高温保存和低温保存使它们被加速。因此，在光透射层的厚度为该程度时本发明特别有效。

光透射层 2 的拉伸屈服强度是 100Mpa 以下，优选为 80Mpa 以下，而且拉伸屈服延伸率是 0.1%以上、优选是 1%以上。

若拉伸屈服强度太高，那么翻卷变大，媒体的机械精度下降。在高温高湿条件下保存时以及在交互地反复进行高温保存和低温保存时，机械精度的下降明显地加快。

若拉伸屈服延伸率太小，则媒体的振摆变大，尤其是，通过在高温高湿条件下的保存以及反复进行高温保存和低温保存，振摆量明显地增大，同时在光透射层中容易产生裂纹和破坏。

另一方面，在光透射层的拉伸屈服强度太低时，光透射层原来的效果，即保护信息记录层的效果就会不充分。另外，在含有树脂的内部层上设置了比该内部层硬度更高的耐擦伤性良好的表面层的叠层构造中设置光透射层时，若光透射层的拉伸屈服强度太低，因高温高湿条件下的保存、以及反复进行高温保存和低温保存，在表面层就产生裂纹。因此，拉伸屈服强度为 20Mpa 以上，优选在 25Mpa 以上。

在光透射层的拉伸屈服延伸率太大时，光透射层变得太柔软，强度不充分。另外，在设置上述的硬度高的表面层时，若光透射层的拉伸屈服延伸率太大，因高温高湿条件下的保存、以及反复进行高温保存和低温保存，在表面层就会产生裂纹。因此，拉伸屈服延伸率为 15% 以下，最好为 10% 以下。

本说明书中的拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率是在 JIS K7127-1989 中规定的。测定它们时，

试样长度：60mm、

试样宽度：10mm、

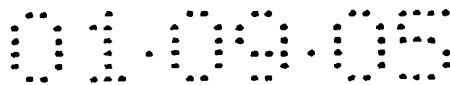
标线间距离：40 ± 1mm、

夹具间距离：44 ± 1mm、

拉伸速度：30mm/min

其它的测定条件可以按照 JIS K7127-1989 的规定。这些条件与 JIS K7127-1989 不同，是因为为了使从媒体剥离的光透射层能够测定，考虑了媒体（光盘）的尺寸（通常直径是 12cm 左右）。此外，在光透射层没有显示出明确的屈服点时，使用抗拉强度代替屈服点。当求抗拉强度时，必须规定永久变形，在本发明中将永久变形规定为 0.5%。

这样地，通过将拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率分别规定在上述范围，能够缩小刚制造后的媒体的翻卷量和振摆量，而且，能够抑制因高温高湿环境下的保存、以及反复进行高温保存和低温保存所产生的振摆



量的增大。因此，当振摆加速度变大、容易发生聚焦伺服机构错误的高线速度时，具体地说，在线速度为 8m/s 以上、特别是在 10~35m/s 时，能显著地抑制聚焦伺服机构错误的发生。另外，当在光透射层中设置硬度高的表面层时，能抑制表面层的裂纹产生。

设物镜的数值孔径为 NA，记录光或再生光的波长为 λ ，用 $\lambda/NA < 680\text{nm}$ 的驱动器进行记录或再生时，本发明的效果特别有效。即，用高 NA 的物镜照射比较短的波长的记录/再生光时特别有效，再有，若在 $400\text{nm} < \lambda/NA$ 的范围能够实现良好的记录、再生特性，通常该效果是充分的。

本发明的特征在于，光透射层的拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率在所述范围内，这样就能实现上述各种效果。因此，对构成光透射层的树脂的具体构成和光透射层的形成方法没有特别限制。例如，也可以使用涂敷树脂甚至硬化后成为树脂的组成物并按照需要进行硬化的方法，以及用紫外线硬化型粘接剂和粘合剂等粘贴预先制作的树脂薄层的方法等中的任一种。但是，由于容易降低双折射率，通过用旋涂法涂敷紫外线硬化型树脂等激活能射线硬化型树脂，之后用紫外线等的激活能射线硬化而形成光透射层的方法是优选的。另一方面，如后所述的由内部层和表面层构成光透射层时，为了防止表面层产生裂纹，由于容易得到充分的拉伸屈服强度，因此，在内部层最好使用树脂薄层。

在激活能射线硬化型组成物中，通常，分别含有单官能或多官能的单体、低聚物和聚合物中的至少 1 种，而且还包含光聚合起始剂、光聚合起始助剂、聚合停止剂等。这样的组成物可以通过从在例如日本专利特开平 8-194968 号公报中记载的高密度光盘用的保护涂敷剂的构成材料适当地选择组合而调制。作为在本发明中使用的组成物，希望至少含有在两端具有官能基的线状的二官能低聚物、以及单官能单体。若上述二官能低聚物的含量太少或者二官能低聚物的分子量太小，硬化后的拉伸屈服延伸率就会变小。如果使单官能单体与二官能低聚物的比率升高，那么几乎不降低硬化后的拉伸屈服延伸率，能够降低硬化后的拉伸屈服强度。另外，通过添加单官能单体，可提高光透射层和它在其上形成的表面之间的粘合性。但是，若单官能单体的添加量太多，硬化后的拉伸

屈服延伸率就变小。且拉伸屈服强度过于变小。因此，根据在本发明中所要求的光透射层的物理性质，可以适当地选择二官能低聚物的含量、分子量、单官能单体的含量等。这样的组成物可以从市场上选择购买。

本发明中优选使用的激活能射线硬化型组成物，粘度比较高，具体地说，为 1000~30000cP 的程度。

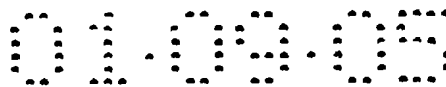
本发明在这样的构造中特别有效，即，在含有树脂的内部层上层叠比该内部层硬度更高的耐擦伤性良好的表面层，该表面层构成光透射层的表面。优选地，该表面层的通过 JIS K5401 中规定的铅笔划痕试验机或以此为标准的装置所测定的铅笔硬度比内部层的硬度大 1 个单位以上。表面层的具体铅笔硬度优选为在 25°C 下为 HB~4H，更好是 F~4H。若铅笔硬度太低，则耐擦伤性不充分。另一方面，若铅笔硬度太高，则柔软性不充分，容易产生裂纹。

在设置了这样的表面层时，如前所述，如果整个光透射层的拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率不在本发明限定的范围内，在表面层就容易产生裂纹。

光透射层为表面层和内部层的两层结构时，表面层的厚度优选为 0.1~10 μm 、更优选为 0.3~5 μm 。若表面层太薄，则保护效果不充分。另一方面，若表面层太厚，则使整个光透射层的物理性质在本发明限定的范围内就有困难，并且在表面层容易产生裂纹。

还有，光透射层为多层结构时，在本发明中限定的拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率是整个光透射层的值，但由于表面层比内部层薄，因此，表面层对整个光透射层的物理性质的影响比较小。

内部层可以是激活能射线硬化型组成物的硬化物，也可以是树脂薄层。在使用树脂薄层时，内部层通常是包含用来粘接树脂薄层的粘接层的多层结构。粘接层最好是由激活能射线硬化型树脂或粘接剂构成。由激活能射线硬化型树脂组成的粘接层的厚度优选为 0.5~5 μm 、更优选为 1~3 μm 。太薄的粘接层难以成为同样的厚度，因此粘接力不充分。另一方面，若该粘接层太厚，则使整个光透射层的物理性质在本发明限定的范围内有困难。因为由粘接剂组成的粘接层不需要硬化，由于在硬化时



没有收缩变形，因此在媒体中难以产生翻卷，且在树脂薄层中难以产生变形。作为粘接剂，可以使用例如丙烯酸系树脂、硅系树脂、橡胶系材料等。对由粘接剂组成的粘接层的形成方法没有特别限定，但在树脂薄层上涂敷的方法是优选的。另外，也可以通过在透明的膜状基材（基体材料）的两面涂敷粘接剂形成粘接薄层，并将该粘接薄层用作粘接层。由粘接剂组成的粘接层的厚度可以是均匀的厚度，并且，为了得到充分的接合力可以适当地确定，但优选为 $5 \sim 70 \mu\text{m}$ 、更优选为 $10 \sim 50 \mu\text{m}$ 。若该粘接层太薄，则接合性会恶化，优选为，接合合格率也会恶化。另一方面，若该粘接层太厚，由于必须使树脂变薄，因此使整个光透射层的物理性质在本发明限定的范围内有困难。作为树脂薄层构成材料，优选为例如聚碳酸酯、聚芳酯、环状聚烯烃等的各种热可塑性树脂。

在由激活能射线硬化型树脂构成内部层时，也可以将内部层作成多层结构。

表面层构成材料只要是耐擦伤性良好的材料就可以，没有特别的限制，但优选是激活能射线硬化型组成物的硬化物，另外，包含聚硅氮烷和/或来源于聚硅氮烷的二氧化硅的材料也是优选的。

对在表面层的形成中使用的激活能射线硬化型组成物，优选地，多官能低聚物和/或多官能单体的比率比较高。由此，能够使表面的硬度变高。若使单官能单体的比率比较高，可提高表面层和内部层之间的接合性。

含有聚硅氮烷和/或来源于聚硅氮烷的二氧化硅的表面层，硬度十分高且耐磨损性很出色。在形成该表面层时，可以在内部层上涂敷聚硅氮烷溶液，并在室温或加热条件下使它硬化。已经公知，聚硅氮烷通过在大气中加热处理，由空气中的水分进行加水分解，形成纯度极高的致密的二氧化硅。另外，通过在聚硅氮烷溶液中预先添加金属催化剂，即使加热到 100°C 左右，也能进行良好的反应，并转化成高纯度的二氧化硅。

在本发明中，可使用具有 Si-N-Si 键的公知的各种聚硅氮烷，但具体地例如以下那样的聚硅氮烷是优选的。即，可使用具有 $(-\text{Si}(\text{H})_2-\text{NH}-)_n$ 结构、 $n=100 \sim 50000$ 的环状无机聚硅氮烷，链形无机聚硅氮烷或它们的混合物，以及用有机基置换与这些无机聚硅氮烷中的硅原子相结合的

一部分或全部氢原子得到的聚有机氢硅烷。而且，还可使用在分子中含有氧的聚硅氧烷、使金属醇盐等发生反应的聚金属硅烷、以及使有机硼化合物发生反应的聚硼硅烷等。作为这些聚硅烷的溶液，例如N-L110（日本东燃（株）制）可在市场上买到。

再者，作为调制聚硅烷的溶液时能使用的溶剂，可以列举苯、甲苯、二甲苯等芳香族碳化氢系溶剂，或者醚、四氢呋喃、二氯甲烷、四氯化碳等。但是，适合作光信息媒体的光透射层的聚碳酸酯等热可塑性树脂被很多这些有机溶剂腐蚀，因此，当在这样的树脂表面上直接涂敷聚硅烷溶液形成表面层时，必须注意谨慎地选择稀释溶剂。作为适合用作聚硅烷的稀释溶液且不会腐蚀聚碳酸酯的有机溶剂，可以列举例如丁醚等醚系溶剂。另外，即使是含有腐蚀树脂的有机溶剂的聚硅烷溶液，通过如下所示地设置适当的中间层，也能够没有问题地适用。即，可以在由聚碳酸酯等热可塑性树脂薄层组成的内部层中可以预先设置由激活能射线硬化型的树脂（例如丙烯酸系紫外线硬化型树脂）构成的中间层，在该中间层的表面涂敷聚硅烷溶液并硬化。

中间层可以根据需要通过等离子体或电晕放电、紫外线等高能射线处理进行表面改性。另外，可以适当地控制紫外线等的激活能射线的照射量，在中途暂时停止聚合反应，在表面涂敷所述聚硅烷溶液之后，重新照射激活能射线完成底层的聚合反应。上述任何一种处理对提高衬底层和聚硅烷硬化覆盖膜之间的密合性是有效的，结果，可以良好地保持聚硅烷覆盖膜的表面硬度。另外，在所述中间层中使用的材料不受这些有机物的限定，可以根据需要使用由溅射所成的 SiO_2 等无机薄膜或胶态二氧化硅被分散的紫外线硬化型树脂等种种材料。

在涂敷聚硅烷溶液时，可以使用凹版涂敷法、浸涂法、喷涂法、以及旋涂法等现在众所周知的涂敷方法。

这样得到的聚硅烷硬化覆盖膜以精密的高纯度二氧化硅作为主要成分，可实现非常高的硬度。另外，由于聚硅烷的硅原子或氮原子结合的氢原子作为活性氢起作用，因此，该硬化覆盖膜与内部层表面（树脂硬化层、树脂薄层、中间层的表面）的密合性非常出色。在该硬化覆盖

膜中，聚硅氧烷可以一部分不转化成二氧化硅，而原封不动地保留。

对所述中间层的厚度没有特别的限定，但通常优选为 50 ~ 2000nm 的程度。

可是，这样得到的聚硅氧烷硬化覆盖膜只是在该膜中能够实现极高的耐磨损性，但根据需要，可以在聚硅氧烷硬化覆盖膜表面设置与聚硅氧烷硬化物不同的组成物层作为最外层。具体地说，例如可以列举以下场合，即，在聚硅氧烷硬化覆盖膜表面覆盖润滑性膜以进一步提高表面的耐磨损性和对光拾波冲突的耐性的场合，以及涂敷防水防油膜、使得难以附着污垢或者即使附着也容易擦去的场合等。

优选地，润滑性膜表面的动摩擦系数（在 JIS K7125-1987 中规定的动摩擦系数）在 0.4 以下、特别优选在 0.3 以下。对润滑性膜的动摩擦系数的下限没有特别限定，但通常是 0.03 左右。另一方面，防水性和防油性可以通过作为其物质表面自由能指标的临界表面张力（ γ_c /mNm⁻¹）表示。它能够从接触角的实测值求出，对于表面张力已知的几种饱和碳氢液体（表面张力是： γ_1 /mNm⁻¹）测定平滑的物质表面的接触角（ θ /rad），在 $\cos \theta$ 和 γ_1 的图表中，在 $\cos \theta = 1$ 时外插值是 γ_c 。为了不沾某种液体，该物质的 γ_c 必须低于所述液体的表面张力 γ_1 。

作为具有这样的润滑性、或防水、防油性的膜，可由通常使用的材料构成。作为其具体例子，可以列举以丁基硬脂酸和丁基十四烷酸那样的高级脂肪酸及其衍生物、二甲基硅氧烷衍生物为代表的硅油以及它们改性的材料、氟化烃系润滑剂及其衍生物。另外，由于在聚硅氧烷硬化覆盖膜表面露出聚硅氧烷和/或源于聚硅氧烷的硅，也可以使用氟化烃系的有机硅烷偶合剂。通常由于它具有氟化烃链与加水分解性的甲硅烷基结合的结构，所述甲硅烷基和聚硅氧烷表面通过加水分解反应形成坚固的化学键。因此，在表面设置的膜的耐久性很出色。在本发明中，可以从这些中适当地选择，也可以使用同时具有润滑性和防水防油性的材料。关于这样的具有润滑性或防水防油性的材料已被公开在日本专利特开平 11-213444 号和特开平 6-187663 号等公报上。

具有润滑性或防水防油性的膜的厚度优选在 1nm 以上，且优选在

500nm 以下，尤其在 100nm 以下。如果膜太薄，就难以充分发挥它的功能。另一方面，如果膜太厚，就有降低设置高硬度表面层产生的效果的可能，而且有时也会产生光学透明性的恶化。

再者，在光透射层为由各激活能射线硬化型树脂构成的树脂层的多层结构时，通常，在涂敷用来形成下侧层的组成物并硬化后，再涂敷用来形成上侧层的组成物并硬化。但是，为了提高下侧层和上侧层的接合性，也可以在下侧层成为半硬化状态时，将上侧层叠合，最终完全硬化全层的方法。

另外，在盘状媒体中，是由上述的内部层和表面层那样的两层以上的环状树脂层构成光透射层的情况，而且，以后所形成的树脂层为树脂涂膜。尤其是用旋涂法形成的树脂涂膜时，优选地，以后所形成的树脂涂膜的内周半径比与它邻接并位于支撑基体一侧的树脂层（以前所形成的树脂层）更大。例如，在由内部层和表面层组成的两层结构的光透射层中，形成由树脂涂膜或树脂薄膜构成的内部层之后，通过旋涂法形成表面层。这时，如果涂敷开始位置（涂敷液供给位置）位于比内部层的内周边缘更内侧（媒体的内周一侧），那么，由内部层的内周边缘形成的台阶差将妨碍涂敷液的延展，容易在涂膜中产生不均匀的现象。该涂敷不均匀会引起聚焦伺服机构错误。相反地，在用旋涂形成表面层时，如果将涂敷开始位置设置在比内部层的内周边缘更外侧（媒体的外周一侧），就能够防止上述涂敷不均匀的发生。这样形成的表面层的内周半径比内部层的内周半径更大。

此外，优选地，为防止涂敷不均匀，树脂涂膜的内周半径比以前所形成的树脂层的内周半径大 0.5mm 以上、尤其大 1mm 以上。但是，必须做到在媒体的记录再生对象区域中不存在上述树脂涂膜的内周边缘，以便不妨碍记录再生特性。另外，在上述树脂涂膜是表面层时，为了防止记录再生对象区域中的划伤光透射层，有必要形成树脂涂膜以完全覆盖记录再生对象区域。

下面，说明适合本发明的光信息媒体的保存稳定性评价的试验方法。

在该试验中，在温差是 70°C 以上、最好是 80°C 以上的高温环境和

低温环境中，对在基体上具有信息记录层，并在该信息记录层中至少具有一层树脂层的光信息媒体交互地曝光之后，检查媒体翻卷等机械精度、上述树脂层的裂纹和剥离。即，该试验是热冲击试验。若上述温差太小，作为加速试验作用就会变得不充分。但是，若上述温差太大，或者高温环境下的温度太高，或者低温环境下的温度太低，就过于脱离现实的使用环境。因此，希望上述温差不超过 110°C 。另外，若将在高温环境和低温环境下每次分别曝光的动作计算为 1 个周期，那么该试验中的周期数优选地在 30 以上，最好在 50 以上。若周期数太少，作为加速试验的作用就不充分。但是，若周期数非常多，就不能评价现实的保存稳定性，因此希望周期数在 500 以下。

高温环境下的温度优选在 $60 \sim 80^{\circ}\text{C}$ ，最好在 $65 \sim 75^{\circ}\text{C}$ ，低温环境下的温度优选在 $-30 \sim -10^{\circ}\text{C}$ ，最好在 $-25 \sim -15^{\circ}\text{C}$ 。在高温环境和低温环境下的保存时间优选地，分别从 20 ~ 60 分钟之间选择。若保存时间太短，有媒体达不到环境温度的危险。另一方面，若保存时间太长，试验时间会变长，而且试验精度不一定能提高。

在实施上述热冲击试验之际，优选地，通过将棒状体穿过盘状媒体的中心孔、并将该棒状体水平地保持，使媒体表面垂直地保持。通常，由于对多个媒体进行试验，在媒体之间要设置足够的间隔（优选为 10mm 以上）以便使媒体彼此不重叠。还有，为了防止媒体滑动而与相邻的媒体重叠，可以将切槽插在棒状体的媒体配置位置，或者在该位置使棒状体变细。

上述热冲击试验适合于具有两层以上树脂层的媒体的保存稳定性评价，尤其适合于上述的具有表面层和内部层那样的物理性质不同的两层以上的树脂层的媒体的保存稳定性评价。该热冲击试验与在高温、低温环境下静止保存的试验比较，有可能更严格地评价关于光透射层的裂纹和剥离的发生。

实施例 1

按以下顺序制作光记录盘样品。

在形成了凹槽的盘状支撑基体（用聚碳酸酯制造、直径 120mm、厚度 1.2mm）的表面用溅射法形成由 $\text{Al}_{98}\text{Pd}_1\text{Cu}_1$ （原子比）组成的反射层，凹槽深度用波长 $\lambda = 405\text{nm}$ 的光程长度表示，为 $\lambda/6$ 。在凹槽·凸部记录方式中，记录道间距为 $0.3\mu\text{m}$ 。

接着，用 Al_2O_3 靶用溅射法形成厚度为 20nm 的第 2 介电层。

然后，用相变材料构成的合金靶、在第 2 介电层表面上用溅射法形成厚度为 12nm 的记录层。记录层的组成（原子比）为 $\text{Sb}_{74}\text{Te}_{18}(\text{Ge}_7\text{In}_1)$ 。

接着，用 $\text{ZnS}(80\text{ 摩尔}\%)-\text{SiO}_2(20\text{ 摩尔}\%)$ 靶、在记录层表面用溅射法形成厚度为 130nm 的第 1 介电层。

接着，通过旋涂在第 1 介电层表面上涂敷紫外线硬化型树脂（在 25°C 时粘度为 840cP），通过照射紫外线形成厚度为 $97\mu\text{m}$ 的内部层。该紫外线硬化型树脂含有环氧丙烯酸酯低聚物（二官能低聚物）、多官能丙烯酸单体、单官能丙烯酸单体和光聚合起始剂。接着，通过旋涂在其上涂敷紫外线硬化型树脂（三菱レイヨン（人造纤维）公司制造的 MH-7361），通过照射紫外线形成厚度为 $3\mu\text{m}$ 的表面层，得到厚度为 $100\mu\text{m}$ 的光透射层。 25°C 下铅笔硬度在其表面层为 H，内部层为 B。

再者，在形成表面层时，将涂敷液供给到比内部层的内周边缘更外侧。结果，表面层的内周半径比内部层的内周半径大 2mm。在用目视检查所形成的光透射层时看不到涂敷不均匀和缺陷。

实施例 2

除了在光透射层的内部层的形成中，使用粘度为 5000cP(25°C)的紫外线硬化型树脂之外，与实施例 1 同样地制作光记录盘样品。该紫外线硬化型树脂含有环氧丙烯酸酯低聚物、单官能丙烯酸单体和光聚合起始剂，在不含多官能丙烯酸单体、而且单官能单体的含量多这一点上与在实施例 1 中使用的紫外线硬化型树脂不同。

在形成表面层时，将涂敷液供给到比实施例 1 更外侧。其结果，表面层的内周半径比内部层的内周半径大 5 mm。在用目视检查所形成的光透射层时，看不到涂敷不均匀和缺陷。

实施例 3

除了在光透射层中的内部层的形成中使用粘度为 3000cP (25°C) 的紫外线硬化型树脂外, 与实施例 1 同样地制作光记录盘样品。该紫外线硬化型树脂含有环氧丙烯酸酯低聚物、二官能丙烯酸单体、单官能丙烯酸单体和光聚合起始剂, 在含有二官能丙烯酸单体以代替多官能丙烯酸单体这一点上与实施 1 中使用的紫外线硬化型树脂不同。

实施例 4

除了用以下顺序形成光透射层中的内部层外, 与实施例 1 同样地制作光记录盘样品。

首先, 通过旋涂在第 1 电介质表面上涂敷自由基聚合系的紫外线硬化型树脂溶液 (ケミテックス公司生产的 4X108E、溶剂是丁基醋酸), 形成树脂层。然后, 将聚碳酸酯薄层 (厚度为 100 μm) 载置在树脂层上。接着, 照射紫外线使上述树脂层硬化, 作为接合层。

比较例 1

除了在光透射层中的内部层的形成中使用粘度为 2000cP (25°C) 的紫外线硬化型树脂外, 与实施例 2 同样地制作光记录盘样品。该紫外线硬化型树脂在含有环氧丙烯酸酯低聚物、单官能丙烯酸单体和光聚合起始剂这一点上与实施例 2 中使用的树脂相同, 但单官能丙烯酸单体的含量比实施例 2 的树脂多。

比较例 2

除了在光透射层中的内部层的形成中, 使用粘度为 3000cP (25°C) 的紫外线硬化型树脂外, 与实施例 2 同样地制作光记录盘样品。该紫外线硬化型树脂在含有环氧树脂丙烯酸酯低聚物、单官能丙烯酸单体和光聚合起始剂这一点上与实施例 2 和比较例 1 中使用的树脂相同, 但单官能丙烯酸单体的含量比实施例 2 的树脂多、而比比比较例 1 的树脂少。

比较例 3

除了在光透射层中的内部层的形成中, 使用的紫外线硬化型树脂是大日本インキ化学工业社生产的 SD318 (25°C 时的粘度为 140cP) 外, 与实施例 1 一样地制作光记录盘样品。

比较例 4

除了在光透射层中的内部层的形成中,使用的紫外线硬化型树脂是日本化药社生产的 MD341 (25°C 时粘度为 70cP) 之外,与实施例 1 一样地制作光记录盘样品。

评价

把在上述实施例和比较例中制作的光记录盘样品的光透射层用切割刀切成平面尺寸为 60mm×10mm 的矩形作为样片,使用该样片,根据 JIS K7127-1989,用オリエンテック公司生产的 TRM-100 型坦锡伦(单纱强力试验机)测定拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率。将结果在表 1~表 3 中示出。在切成样片时,在样片中往往附着介电层、记录层、和反射层等,但这些层的附着并不影响拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率的测定值。

高温高湿保存试验

对上述各样品用小野测器社生产的 LM1200 进行翻卷量和振摆量的测定。另外,在 80°C、80%RH 的环境下保存 100 小时后进行同样的测定。在保存后观察表面层,检查有无裂纹发生。将由保存引起的翻卷的增大量、保存前后的振摆量、裂纹发生的有无表示在表 1 中。

【表 1】

高温高湿保存试验

	拉伸屈服 强度 (MPa)	拉伸屈服 延伸率(%)	翻卷的增 加量 (μm)	表面层的 裂纹	振摆量(μm)	
					初期	保存后
实施例 1	46.55	3.75	40	0/3	130.1	79.8
实施例 2	32.63	6.66	26	0/3	39.1	56.5
实施例 3	42.63	4.10	37	0/3	85.3	88.6
实施例 4	68.60	7.00	40	0/3	51.6	69.7
比较例 1	2.94*	4.10	20	3/3	74.6	80.1
比较例 2	11.76*	5.83	7	3/3	68.4	72.3
比较例 3	102.7*	1.20	不能测定	破坏	80.7	不能测定
比较例 4	140.6*	0.90	不能测定	破坏	120.3	不能测定

*:限定范围外

从表 1 中可知本发明的效果很明显。即，拉伸屈服强度和拉伸屈服延伸率在本发明限定的范围内的样品，在初期和保存后的任何时候振摆量也会变小，另外，在高温高湿下的保存所引起的翻卷的增加很少。在本发明样品中，在表面层没有产生裂纹。相反地，在光透射层的拉伸屈服强度过低的比较例 1 和比较例 2 中，在表面层产生了裂纹。关于比较例 1 和比较例 2 的各样品，在测定的光透射层的拉伸破坏延伸率这一点上，比较例 1 为 76.3%，比较例 2 为 50.0%。

在比较例 3 和比较例 4 中构成内部层的树脂通常用在光盘的保护涂敷中。但是，由于与保护敷层相比光透射层的厚度大很多，因此，若将这样的树脂应用于光透射层，由于高温高湿条件下的保存会使光透射层被破坏。在表 1 中，这些比较例的翻卷的增加量之所以不能测定是因为光透射层被破坏。

在上述样品之外，除了用聚硅氮烷硬化覆盖膜作为表面层外，与实施例 1 一样地制作光记录盘样品。该表面层通过，首先用旋转涂敷法涂敷聚硅氮烷的二甲苯溶液（东燃（株）生产的 N-L110、固体成分浓度为 20%（质量百分比））、在室温中保存一分钟后在 100°C 下加热 30 分钟硬化形成。表面层的厚度为 0.2 μm 。该表面层在 25°C 时的铅笔硬度为 4H。该样品进行与实施例 1 同样的测定时，和实施例 1 有同样的效果。

热冲击试验 1

对上述各样品已使用小野测器社生产的 LM1200 进行翻卷量和振摆量的测定。进行上述的热冲击试验以替代上述高温高湿保存试验。使用楠本化成株式会社生产的冷热周期试验机，温差为 90°C（高温环境 70°C、低温环境 -20°C），保存时间分别为 30 分钟，周期数为 100。表 2 示出该热冲击试验后的翻卷的增加量、保存前后的振摆量、以及裂纹产生的有无。

热冲击试验 2

除了温差是 60°C（高温环境 55°C、低温环境 -5°C）之外，和热冲击试验 1 同样地进行热冲击试验。表 3 示出该热冲击试验所引起的翻卷的

增加量、保存前后的振摆量、以及裂纹产生的有无。

【表 2】

热冲击试验 1

	拉伸屈服 强度 (MPa)	拉伸屈服 延伸率(%)	翻卷的增 加量 (μm)	表面层的 裂纹	振摆量(μm)	
					初期	保存后
实施例 1	46.55	3.75	30	0/3	118.4	103.5
实施例 2	32.63	6.66	10	0/3	42.6	47.3
实施例 3	42.63	4.10	25	0/3	80.7	78.1
实施例 4	68.60	7.00	33	0/3	68.4	62.9
比较例 1	2.94*	4.10	10	3/3	50.6	55.8
比较例 2	11.76*	5.83	13	3/3	47.3	50.8
比较例 3	102.7*	1.20	不能测定	破坏	138.5	不能测定
比较例 4	140.6*	0.90	不能测定	破坏	140.8	不能测定

*:限定范围外

【表 3】

热冲击试验 2

	拉伸屈服 强度 (MPa)	拉伸屈服 延伸率(%)	翻卷的增 加量 (μm)	表面层的 裂纹	振摆量(μm)	
					初期	保存后
实施例 1	46.55	3.75	25	0/3	123.7	128.5
实施例 2	32.63	6.66	-5	0/3	47.6	45.3
实施例 3	42.63	4.10	17	0/3	67.3	58.9
实施例 4	68.60	7.00	28	0/3	89.7	93.6
比较例 1	2.94*	4.10	-5	0/3	45.8	47.3
比较例 2	11.76*	5.83	5	0/3	60.3	55.2
比较例 3	102.7*	1.20	235	0/3	145.5	237.2
比较例 4	140.6*	0.90	389	0/3	163.8	286.9

*:限定范围外

在上述热冲击试验 1 中, 由于温差为 700C 以上, 周期数为 30 次以下, 因此, 在表 2 中, 实施例 1 和比较例 1 表现出明显的不同。相反地, 在上述热冲击试验 2 中, 由于温差为不足 70°C, 因此, 在表 3 中实施例 1 和比较例 1 的评价相同。由此结果, 本发明的试验方法的有效性很明显。

再者, 表 1~表 3 中, 在同一实施例和同一比较例中, 保存前的振摆量稍有不同。这是因为不可能将相同的样品供给不同的保存试验。

比较例 5

在形成表面层时, 除了将涂敷液供给到比内部层的内周边缘更内测之外, 和实施例 1 一样地制作光记录盘样品。结果, 表面层的内周半径比内部层的内周半径大 2mm。在用目视检查所形成的光透射层时, 从内周侧向外周侧能看到多处涂敷缺陷。

说明书附图

图 1

